

**VYSOKÉ UČENÍ TECHNICKÉ V BRNĚ
FAKULTA STROJNÍHO INŽENÝRSTVÍ
ÚSTAV MATERIÁLOVÝCH VĚD A INŽENÝRSTVÍ**

Ing. ONDŘEJ MAN

**APLIKACE METODY DIFRAKCE ZPĚTNĚ ODRAŽENÝCH ELEKTRONŮ
V MATERIÁLOVÉM INŽENÝRSTVÍ
APPLICATION OF ELECTRON BACKSCATTER DIFFRACTION IN
MATERIALS ENGINEERING**

zkrácená verze PhD Thesis

Obor:	Materiálové inženýrství
Školitel:	prof. Ing. Jiří Švejcar, CSc.
Oponenti:	

Datum obhajoby:

Klíčová slova

difrakce zpětně odražených elektronů; EBSD; ultrajemnozrnné kovy; měď
komerční čistoty; ECAP; teplotní stabilita struktury; ocel TRIP; fázové složení;
plastická deformace

Keywords

electron backscatter diffraction; EBSD; ultra fine-grained metals; commercial
purity copper; ECAP; temperature stability of microstructure; TRIP steel; phase
composition; plastic deformation

Rukopis uložen na xxx

© Ondřej Man, 2010
ISBN 978-80-214- xxxx-x
ISSN 1213-4198

1 OBSAH

1	OBSAH.....	3
2	ÚVOD.....	5
3	STRUČNÝ POPIS METODY EBSD	5
3.1	Fyzikální modely EBSD	5
3.1.1	<i>Dvojinterakční model</i>	5
3.1.2	<i>Kanálovací model</i>	6
3.1.3	<i>Informační obsah difrakčních stop</i>	7
3.1.4	<i>Definice vybraných pojmů</i>	8
4	CÍLE PRÁCE	11
5	EXPERIMENT	11
5.1	metodika.....	11
5.2	Použitý systém EBSD	11
6	ULTRAJEMNOZRNNÁ MĚŘ.....	12
6.1	Použitý materiál	12
6.1.1	<i>Popis experimentů</i>	12
6.1.2	<i>Vzorky</i>	12
6.1.3	<i>Ověření správnosti detekce nejmenší strukturní jednotky</i>	13
6.1.4	<i>Ověření reprezentativnosti měření parametrů mikrostruktury</i>	15
6.2	Aplikace EBSD: ověření strukturní stability UFG mědi při žhání	16
6.2.1	<i>Postup experimentů</i>	16
6.2.2	<i>Výsledky a jejich rozbor</i>	16
7	OCEL TRIP	17
7.1	Použitý materiál	18
7.2	postup experimentů	18
7.3	Vzorky.....	19
7.4	Analýzy EBSD.....	19
7.5	Výsledky a jejich rozbor	20
8	ZÁVĚR.....	21
9	PREZENTACE A PUBLIKACE VÝSLEDKŮ	22
10	SEZNAM POUŽITÉ LITERATURY	24
11	ABSTRACT	29

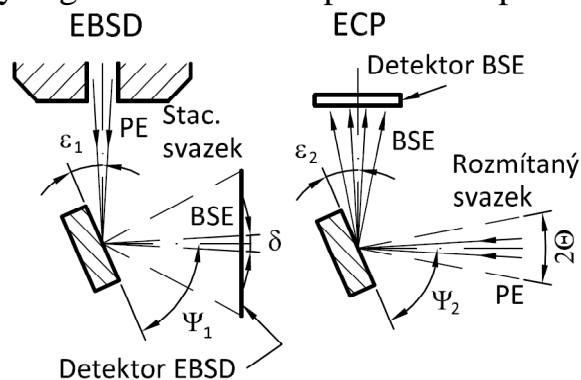
2 ÚVOD

Předkládaná práce přináší poznatky o limitech metody difrakce zpětně odražených elektronů – EBSD – ve dvou mezních případech v charakteristických směrech její aplikace. Jedním z nich je mapování krystalové orientace a jejích změn v ultrajemnozrnných strukturách a druhým je identifikace fází ve strukturách podrobovaných plastické deformaci.

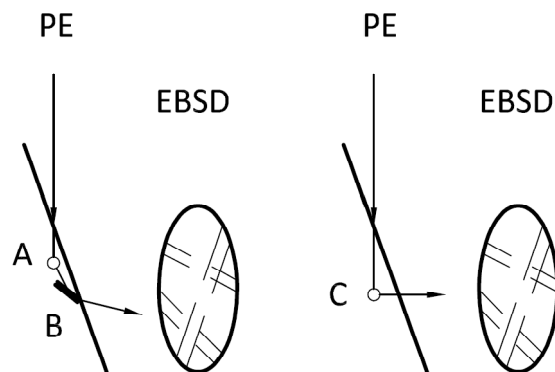
3 STRUČNÝ POPIS METODY EBSD

3.1 FYZIKÁLNÍ MODEL EBSD

Na obr. 2 jsou vedle sebe položeny dvě představy o vzniku difrakce EBSD: starší model, nadále nazývaný „dvojinterakční“ (z angl. „two-event“) a novější „kanálovací“ model (v angl. „channeling-in, channeling-out“). Obr. 1 ilustruje podrobněji vztahy mezi EBSD a technikou ECP (stop kanálování elektronů) co se týče geometrického uspořádání experimentu.



Obr. 1: Schéma s definicí úhlových vztahů pro EBSD a ECP. ε_1 , ε_2 = úhel dopadu primárního svazku; Ψ_1 , Ψ_2 = střední úhel výstupního svazku; δ = rozptyl, Θ = úhlová šířka difr. pásu; Θ = úhel rozmítání prim. svazku. Podle [1].



Obr. 2: Schéma „dvojinterakčního“ (vlevo) a „kanálovacího“ (vpravo) modelu EBSD. A = inelastický difuzní rozptyl, B = braggovská difrakce, C = kanálovací interakce. Podle [2].

3.1.1 Dvojinterakční model

Vznik stop EBSD podle tohoto modelu lze rozdělit do dvou fází, o kterých předpokládáme, že se navzájem neovlivňují. Předpokládáme-li dále vzorek krystalické látky, pak se vznik difrakčních stop děje v následujících krocích (v souladu se značením v obr. 2):

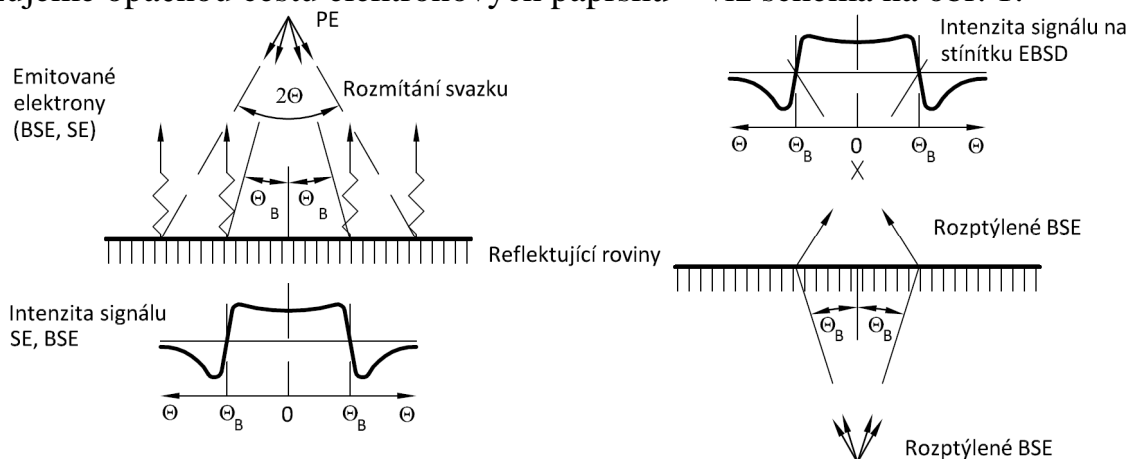
- Primární elektrony proniknou do určité hloubky pod povrchem vzorku (typicky 10 – 50 nm [1; 3; 4]), kde nastává jejich rozptyl (pružný i nepružný, difuzní). Primární elektrony jsou rozptýleny do všech směrů od kolizní oblasti, přičemž přirozeně dochází k jisté ztrátě jejich energie. Ta však nesmí být pro účely EBSD příliš velká – uvádí se maximální energiová ztráta přibližně 100 eV [5] až 200 eV [6], eventuálně 3 – 10 % energie PE [7].
- Elektrony – nyní již BSE – difúzně rozptýlené v předchozí fázi, se nyní šíří hmotou vzorku a existuje vysoká pravděpodobnost, že naleznou vhodně

orientované systémy krystalových rovin, na nichž bude v jejich směru pohybu splněna Braggova difrakční podmínka $n\lambda = 2d_{hkl} \sin \Theta$, kde n je řád difrakce, λ je vlnová délka elektronu, d_{hkl} je mezirovinná vzdálenost dané osnovy rovin a Θ je úhel, pod nímž dopadají elektrony na sledovanou osnovu rovin.

Po braggovské difrakci v druhé fázi vystupují elektrony ze vzorku po přímkových trajektoriích, které jsou povrchkami tzv. Kosselových kuželů – ty reprezentují všechny varianty prostorového rozložení dopadajícího a odraženého paprsku pro daný systém rovin d_{hkl} v Braggově difrakci. Postavíme-li jim do cesty rovinné stínítko, vzniká na něm pár difrakčních linií (ve skutečnosti se jedná o úseky hyperboly, ovšem se zanedbatelnou křivostí [1; 4; 6]), které reprezentují danou osnovu krystalových rovin.

3.1.2 Kanálovací model

Kanálovací model EBSD je založen na tzv. teorému reciprocity mezi difrakcí zpětně rozptýlených elektronů a ECP. Tento teorém v prvním přiblížení říká, že EBSD i ECP lze popsat pomocí představy kanálování elektronů s tím rozdílem, že uvažujeme opačnou cestu elektronových paprsků – viz schéma na obr. 1.



Obr. 3: Zjednodušená ilustrace teorému reciprocity mezi ECP (vlevo) a EBSD (vpravo). 2Θ = celkový úhel rozmítání (rastrování) „koherentního“ svazku PE; Θ_B = Braggův úhel.

Pomocí jednoduché kinematické ilustrace na obr. 3 vlevo lze dospět k následujícímu zjednodušenému popisu vzniku ECP: Primární svazek je rastrován po povrchu vzorku v rozsahu úhlu 2Θ , přičemž se pro kvalitní ECP (viz obr. 4) požaduje co nejmenší aperturní úhel svazku – v řádu 10^{-3} až 10^{-4} rad [8]. Sledujeme-li jednu osnovu vhodně orientovaných krystalových rovin, přes niž přebíhá primární svazek, bude vyjádření hustoty pravděpodobnosti pro každý úhel dopadu primárního svazku popsáno jinou kombinací Blochových vln. Pro úhly Θ větší než jistý úhel Θ_B (symetricky okolo bodu 0 v obr. 3) bude převládat typ I a pro $\Theta < \Theta_B$ převládne typ II. To se projeví poklesem, a v druhém případě nárůstem, intenzity snímaného

signálu oproti jeho průměrné hodnotě. Při úhlu $\Theta = \Theta_B$ dojde de facto ke splnění Braggovy podmínky pro difrakci dovnitř krystalu.

V obr. 3 vpravo je uvedeno jednoduché schéma ilustrující mechanismus vzniku EBSD při uvážení recipročního vztahu k ECP. V tomto případě přichází divergentní proud elektronů zevnitř vzorku a stejnou inverzí v zastoupení obou typů Blochových vln, jako v případě ECP, dochází k tvorbě kontrastu na stínítku detektoru EBSD. V tomto případě je ovšem celý difraktogram vytvořen najednou. Pomocí obr. 3 lze také ilustrovat přesnější definici teorému reciprocity: intenzita difraktované vstupní rovinné vlny v bodě snímání uvnitř krystalu je stejná, jako intenzita detekované rovinné vlny při difrakci kulové vlny z bodového zdroje uvnitř krystalu [1; 9].

3.1.3 Informační obsah difrakčních stop

Ideálně exponovaná difrakční stopa, jako na obr. 4, obsahuje následující výčet prvků, které lze dále uvedeným způsobem interpretovat:

1. Úhly mezi difrakčními pásy – s uvážením korekce na gnómonickou projekci odpovídají přímo úhlům mezi osnovami zdrojových rovin [1; 4; 10; 11].
2. Šířka difrakčních pásů – s uvážením korekce na gnómonickou projekci jsou úměrné převrácené hodnotě mezirovinné vzdálenosti ve zdrojové osnově rovin. Lze ji využít k odhadu mřížkových konstant [4].
3. Gradient jasu na hranici difrakčních pásů (ostrota hranice) – je dáván do souvislosti s elastickou napjatostí mřížky [12]. Ovlivňuje hodnotu parametru IQ [13].
4. Průsečíky difrakčních pásů (osy zón) – slouží k zjišťování Laueho bodových grup symetrie a prostorových grup symetrie krystalu [3; 6; 14; 15]. Jsou základním prvkem při čtení difraktogramu. Změny jejich vzdáleností jsou využívány jako měřítko elastických pnutí v mřížce či distorzí mřížky [13; 16-18].
5. Celkový kontrast difrakčních pásů vůči pozadí – je měřítkem hustoty dislokací v materiálu. Manifestuje se zejména změnou hodnoty parametru IQ [10; 11; 19]. Je využíván například k určování rekrytalizovaného podílu v tvářených kovech [20; 21].
6. Laueho zóny vyšších řádů (HOLZ) – jejich průměr je závislý na meziatomové vzdálenosti podél směru osy zóny. Jemná struktura hranic HOLZ je citlivá na změny mřížkových parametrů [9; 22].
7. Přítomnost difrakčních pásů vyšších řádů (difrakcí od rovin s vyššími Millerovými indexy) – je měřítkem plastického přetvoření materiálu, tj. hustoty dislokací v něm. Difrakce vyšších řádů s narůstajícím přetvořením rychle zanikají [13; 18].
8. Asymetrie intenzity v rámci páru difrakčních linií některých rovin – indikují výjimku z tzv. Friedelova zákona, kdy [23]: $I_{hkl} \neq I_{\bar{h}\bar{k}\bar{l}}$ neboli intenzita difrakce od rovin s indexy hkl není stejná jako intenzita difrakce od rovin s indexy $\bar{h}\bar{k}\bar{l}$. Ta je způsobena změnou ve vrstvení atomových rovin, například připojením víceatomové báze k mřížkovému bodu, kdy dojde ke

ztrátě středové symetrie reciproké mříže. Tohoto jevu lze využít k určování polaritu krystalu [6; 14; 24].

3.1.4 Definice vybraných pojmů

Orientace

V kontextu EBSD se orientace definuje prvotně pomocí trojice Eulerových úhlů, vyjadřujících potřebné rotace kolem různých souřadných os, které vedou ke sjednocení souřadného systému vzorku a systému spojeného se základní (krystalografickou) buňkou – viz schéma na obr. 5. V systémech EBSD nejpoužívanější notaci Eulerových úhlů podle Bungeho spolu s jejich významem popisuje obr. 8. Jedná se o trojici rotací, které se uskutečňují okolo os e_1 a e_3 spojených s krystalem o úhly φ_1 , Φ a φ_2 . Z hlediska materiálového inženýrství je přirozenější vyjadřování krystalové orientace pomocí notace rovina-směr. Ta je zavedena zejména pro popis přednostní orientace a spočívá v udání Millerových indexů krystalové roviny rovnoběžné s povrchem vzorku a indexů směru rovnoběžného s významnou osou externího (makroskopického) souřadného systému nebo významným směrem, např. se směrem válcování. V obr. 6, ilustrujícím tento způsob zápisu orientace, je jako vztažný směr volena osa e_1^{VZ} .

Obecně vzato, hovoří-li se o orientaci, má se na mysli úhlový vztah mezi nějak natočenou krystalovou mřížkou v analyzovaném bodě a vnějším referenčním souřadným systémem, spojeným s makroskopickou podobou vzorku.

Dezorientace

Dezorientace je definována velmi podobně jako orientace, ale za referenční systém je v tomto případě volen krystalový souřadný systém jiného (sousedního, definovaně vzdáleného, apod.) datového bodu. Lze využít identickou množinu deskriptorů jako v případě orientace, nicméně zavedenou notací pro tento případ je pár osa-úhel, kdy se stanoví Millerovy indexy směrového vektoru $[uvw]$ prostorově obecně orientované osy, okolo které se provádí rotace o úhel ω za účelem sjednocení dvou souřadných systémů. Geometrický význam těchto parametrů ilustruje obr. 7. Aby byl zápis osa-úhel jednoznačný, stanovuje se podmínka, že se ze všech možností prostorového umístění osy rotace a korespondujícího úhlu rotace volí taková, při níž je úhel ω minimální.

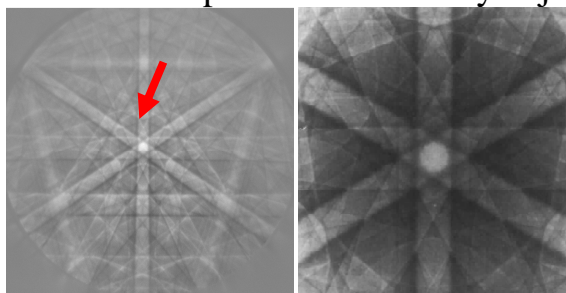
Zrno

Při definici zrna se vychází z faktu, že data EBSD mají podobu sítě obrazových či datových bodů – pixelů o známé krystalové orientaci. Jednotlivé pixely se sdružují do zrn, pokud jsou splněny následující dvě podmínky [19; 26]:

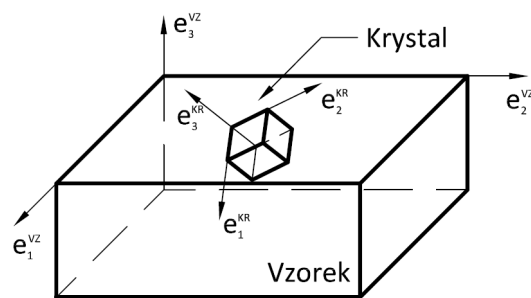
- 1) Dezorientace dvou sousedních pixelů uvnitř zrna nepřekračuje zvolenou mez;
- 2) Počet pixelů, které tvoří zrno je vyšší než stanovené minimum.

Podmínka 2) se zavádí z toho důvodu, aby výpočet velikosti zrna nebyl příliš citlivý na jednotlivé chybně indexované body a nevznášel do statistiky chybu nadhodnocením „jednopixelových zrn“. Počet pixelů, který se stanoví jako

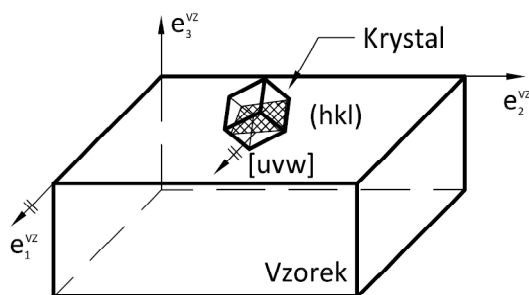
minimální, je závislý mimo jiné také na rozteči analyzovaných bodů v oblasti, jíž je dána i velikost pixelu v rozměrových jednotkách.



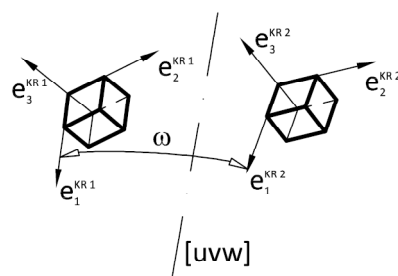
Obr. 4: Příklad difrakční stopy EBSD (vlevo) a ECP (vpravo) křemíku. Převzato z [19] a [25]. Šipka směřuje k okraji jedné Laueho zóny vyššího řádu („HOLZ“), která se nachází okolo osy zóny $[1\bar{1}1]$. Stopa ECP zachycuje okolí osy zóny $[111]$.



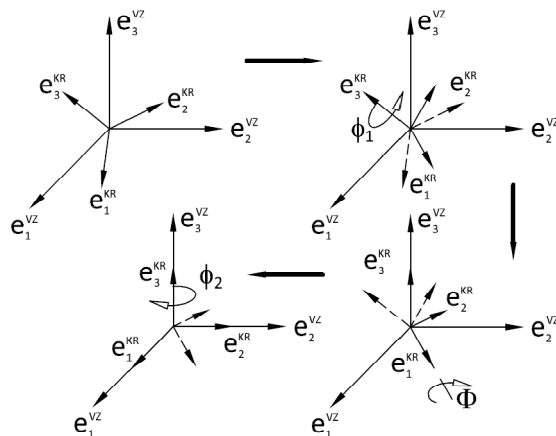
Obr. 5: Souřadné systémy vzorku (VZ) a krystalu (KR).



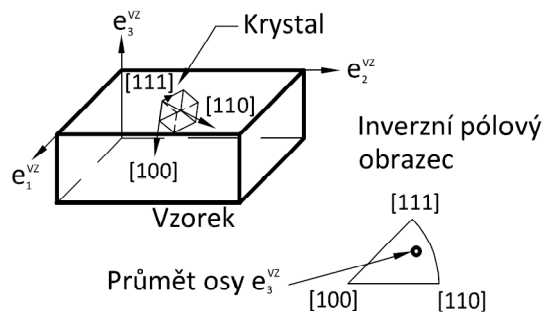
Obr. 6: Vyjádření orientace pomocí páru rovina-směr.



Obr. 7: Vyjádření dezorientace pomocí páru osa-úhel.



Obr. 8: Definice trojice Eulerových úhlů podle Bungeho.



Obr. 9: Vztah zvoleného směru v souřadném systému vzorku a významných směrů. Zakreslen v základním stereografickém trojúhelníku krystalové soustavy kubické.

Inverzní pólový obrazec

Inverzní pólový obrazec je antipodem pólovému obrazci (diagramu), běžně užívanému ke znázorňování krystalové orientace. Inverzní pólový obrazec znázorňuje vztah zvoleného směru v souřadném systému vzorku (nejčastěji přímo některé ze souřadných os) k významným směrům dané krystalové soustavy. Tento vztah se zakresluje do základního stereografického trojúhelníka, viz obr. 9.

Mapa inverzního pólového obrazce – orientační mapa

Pokud přiřadíme různým částem plochy základního stereografického trojúhelníka, vycházejícím z jeho vrcholů a středů stran, vhodně volené kontrastní barvy, pak lze každému pixelu v analyzované oblasti přisoudit takovou barvu, která je jedinečná podle polohy průmětu sledovaného makroskopického směru v inverzním pólovém obrazci. Provedením tohoto barevného kódování u všech analyzovaných bodů vzniká dvoudimenzionální „orientační mapa“, neboli „mapa inverzního pólového obrazce“. Tato mapa se tedy vždy sestavuje pro jeden konkrétní sledovaný makroskopický směr.

Značení souřadných os

Notace souřadných os byla převzata z aparátu rentgenovské texturní analýzy a z toho titulu se makroskopické souřadné osy uvnitř programů pro analýzu dat EBSD označují v souladu s významnými směry ve tvářených materiálech:

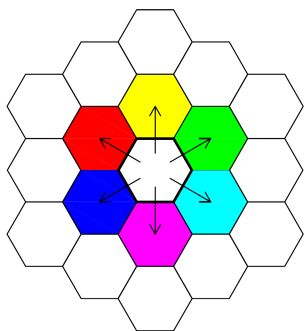
- $e_1^{VZ} = RD = \text{„Rolling direction“} - \text{směr válcování};$
- $e_2^{VZ} = TD = \text{„Transverse direction“} - \text{příčný směr};$
- $e_3^{VZ} = ND = \text{„Normal direction“} - \text{normálový směr}.$

Orientace jednotlivých os vůči vzorku je patrná ze schématu na obr. 5. V analytickém software se implicitně předpokládá osa RD totožná se směrem spádu povrchu vzorku při natočení do pracovní polohy, osa TD totožná s osou, okolo které natočení probíhá, a osa ND je normálou povrchu vzorku.

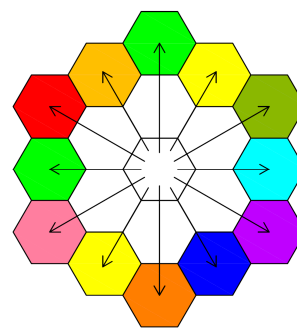
Parametr KAM

Výpočet parametru „Kernel Average Misorientation“ je rozšířením „klasické“ dezorientace na širší okolí (jádro, „kernel“) sledovaného pixelu (středu jádra). „Klasická“ dezorientace je definována (obr. 10) jako soubor šesti samostatných hodnot (v šestiúhelníkové síti), které určují úhlovou odchylku mezi krystalografickými orientacemi n -tého pixelu v síti a jeho šesti nejbližšími sousedy. Hodnota dezorientace (přesněji pouze úhlu dezorientace) je de facto vlastností segmentu hranice mezi pixely.

Naproti tomu parametr KAM je definován jako hodnota přiřazená pixelu ve středu jádra, která je rovna průměrnému úhlu dezorientace mezi tímto pixelem a všemi sousedy, kteří leží na kružnici o poloměru jádra, tedy na jeho perimetru. Poloměr jádra se udává jako pořadové číslo ekvidistantní množiny pixelů, které tvoří perimetr jádra. Pro ilustraci je na obr. 11 uvedeno schéma zachycující případ, kdy se zjišťuje KAM na jádře o poloměru 2.



Obr. 10: *Schéma výpočtu dezorientace mezi nejbližšími sousedy.*



Obr. 11: *Schéma výpočtu průměrné dezorientace na jádře s perimetrem definovaným druhými nejbližšími sousedními pixely.*

Význam parametru KAM tkví především ve schopnosti zachytit míru distorze krystalové mřížky, přičemž citlivost detekce se nechá ovlivňovat volbou poloměru jádra, případně i maximálním úhlem dezorientace.

4 CÍLE PRÁCE

Pro tuto práci byly vytčeny dva hlavní cíle:

- 1) Ověřit vhodnost dostupného zařízení EBSD pro analýzu struktury ultrajemnozrnných materiálů, konkrétně mědi, a aplikovat ji poté na sledování strukturních změn daného materiálu při tepelné expozici;
- 2) Ověřit spolehlivost metody EBSD při určování fázového složení a to při aplikaci na určování podílu zbytkového austenitu v oceli TRIP při rostoucí plastické deformaci.

5 EXPERIMENT

5.1 METODIKA

Oba uvedené cíle v sobě zahrnují ověření některé složky rozlišovací schopnosti metody EBSD. Pro tento účel byly zvoleny vždy dvě jiné experimentální metody, vůči kterým bylo provedeno srovnání. V případě bodu 1 to byly:

- (i) EBSD na zařízení s elektronovým zdrojem typu FEG;
- (ii) mapování velké oblasti metodou rastrovací elektronové mikroskopie pomalými elektrony (SLEEM) [27; 28].

V případě bodu 2 byly voleny tyto srovnávací metody:

- (i) rentgenová prášková difraktometrie;
- (ii) neutronová difrakce, opět na práškovém difraktometru.

Jelikož konkrétní metodika se u obou bodů liší a je mimo jiné odvislá od experimentálního materiálu, který byl pro daný cíl zvolen, je v dalším textu použito členění právě podle něj.

5.2 POUŽITÝ SYSTÉM EBSD

Analytický komplex využitý v této práci je nainstalován jako příslušenství k rastrovacímu elektronovému mikroskopu „Philips XL 30“ s termoemisním zdrojem elektronů. Sestává z detektoru EBSD osazeného CCD kamerou „DigiView

1612“, osa tubusu detektoru je v rovině kolmé na primární svazek směřována kolmo na osu sklápění stolku mikroskopu, jímž se realizuje potřebný pracovní sklon, který činí 75°. V rovině kolmé na osu sklápění stolku je detektor instalován v depresi 10° od vodorovného směru. Průměr fluorescenčního stínítka činí 40 mm.

EBSD systém disponuje maximální snímací frekvencí 64 Hz (neboli 64 snímků za sekundu) při ideálních podmínkách, tj. nejmenším rozlišení kamery, velkém proudu svazku a z toho vyplývající krátké expoziční době a také při hrubém rozlišení Houghovy transformace s minimálním počtem detekovaných pásů nezbytných k indexaci stop. Maximální rozlišení kamery detektoru činí 1300x1030 pixelů.

6 ULTRAJEMNOZRNNÁ MĚĎ

Ultrajemnozrnný materiál je mimořádně vhodným prostředkem pro experimenty, jejichž účelem je ověření rozlišovací schopnosti EBSD. Díky zjemněné struktuře je důvodný předpoklad výskytu krystalických oblastí o velikosti na mezi detekovatelnosti pro zařízení, které je k dispozici. Navíc v případě mědi je možnost srovnání i s literárními údaji, neboť měď byla jedním z prvních kovů, na kterém byly postupy SPD zkoušeny a její mikrostrukturní parametry proto byly zkoumány již několika různými metodami včetně EBSD [29-34].

6.1 POUŽITÝ MATERIÁL

Materiálem použitým k experimentům byla UFG měď, připravená SPD procesem ECAP a to osmi průchody postupem B_C. Materiál byl získán prostřednictvím spolupráce Ústavu fyziky materiálu (ÚFM) AVČR s prof. R. Z. Valievem z Institutu fyziky pokročilých materiálů Státní letecké technické univerzity v Ufě, kde bylo prováděno protlačování ECAP. Chemické složení použitého materiálu je uvedeno v tab. 1.

6.1.1 Popis experimentů

Experimentální práce na UFG mědi byly rozděleny do tří fází:

- 1) Ověření správnosti detekce na dolní mezi rozměrové škály strukturních jednotek – tzn. zrn, subzrn, buněk či krystalitů.
- 2) Ověření reprezentativnosti měření mikrostrukturních parametrů pomocí EBSD na „rozumně velké“ ploše ve vztahu k celkové ploše vzorku.
- 3) Po ověření přístrojových předpokladů následovalo „rutinní“ využití EBSD ke sledování strukturních změn UFG mědi při tepelné expozici – žíhání v peci s ochrannou atmosférou argonu.

Tab. 1: Chemické složení UFG mědi.

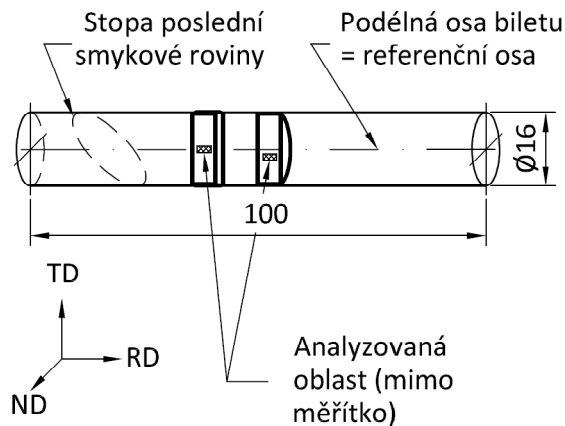
Cu, nejméně	Maximální obsah nečistoty (10 ⁻³ hm. %)										
	Bi	Sb	As	Fe	Ni	Pb	Sn	S	O	Zn	Ag
99,9 hm. %	1	2	2	5	2	5	2	4	50	4	3

6.1.2 Vzorky

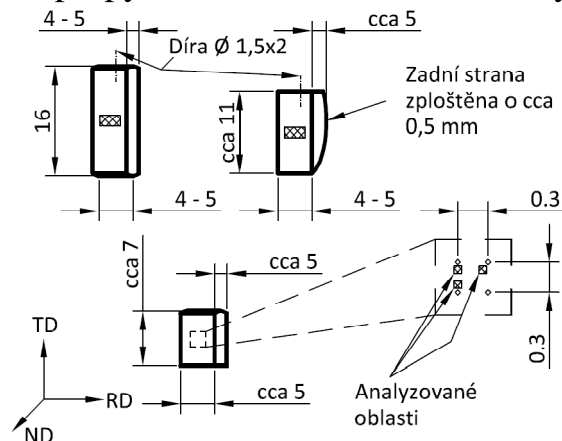
Pro všechny tři výše zmíněné body byly z biletu UFG mědi (obr. 12), jehož část byla k dispozici, vyrobeny vzorky s tvary a rozměry podle obr. 13. Žíhací vzorky

byly připraveny běžným metalografickým postupem při zalití do pryskyřice. Porovnávací vzorek byl připraven ručně, shodným metalografickým postupem jako vzorky ostatní. Broušení probíhalo v přípravku pro paralelní upnutí, aby byla zajištěna rovnoběžnost broušené plochy se zadní stěnou vzorku.

Dokončovací operací u všech vzorků bylo elektrolytické leštění v elektrolytu sestávajícím z kyseliny fosforečné, ethanolu, izopropylalkoholu a destilované vody.



Obr. 12: Geometrie biletu a typické umístění odebíraných vzorků spolu s orientací analyzovaných oblastí vůči makroskopickým souřadným osám.



Obr. 13: Geometrie vzorků k problému tepelné stability (horní řada) a pro experiment ověřující rozlišení (dole). Vlevo dole platný makroskopický souřadný systém.

6.1.3 Ověření správnosti detekce nejmenší strukturní jednotky

Pro získání představy o vhodnosti analytického zařízení, jež je k dispozici, k charakterizaci UFG mědi bylo zvoleno srovnání s etalonovým zařízením vybaveným zdrojem elektronů typu FEG, jímž byl rastrovací elektronový mikroskop „Quanta 200 - FEG“ výrobce FEI. Podrobnější popis konkrétního zařízení je k dispozici v [35].

Jako první bylo provedeno měření na etalonovém zařízení. Celkem byly analyzovány tři oblasti. Vlivem postupu přípravy vzorku byly na jeho povrchu adsorbovány zbytky uhlovodíků, které způsobovaly během analýz vznik kontaminačních stop, jež ovšem usnadnily opětové zaměření analyzované oblasti.

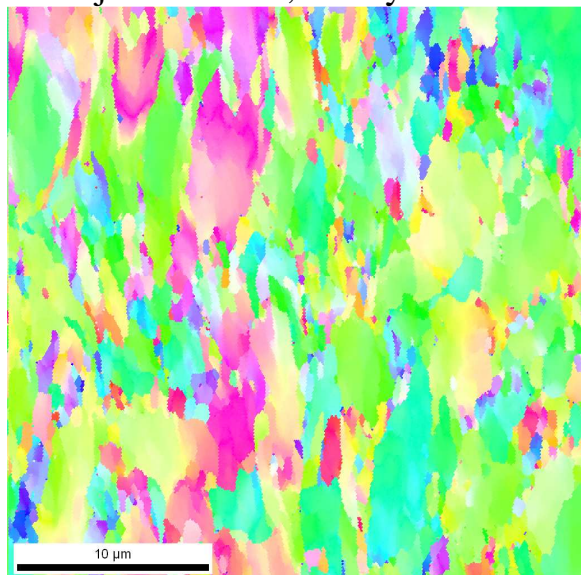
Na porovnávaném „domácím“ zařízení se podařilo úspěšně reanalyzovat pouze dvě z oblastí, změřených na etalonovém systému, dále označované 2 a 3.

Výsledky porovnávacího měření a jejich rozbor

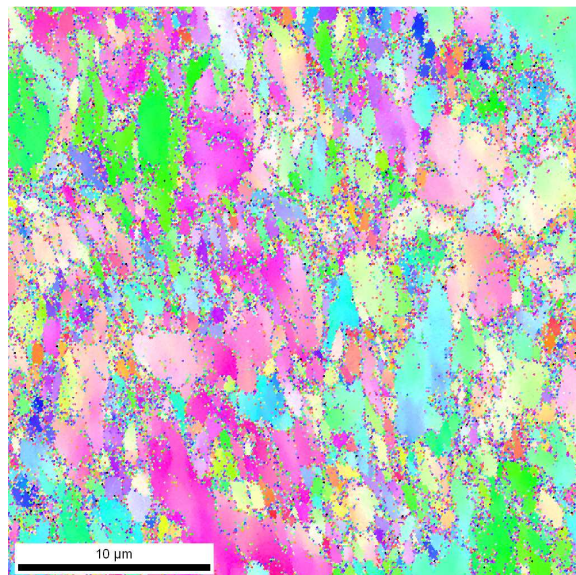
Srovnáním map IPF domácího a etalonového zařízení, jejichž příklady jsou uvedeny na obr. 14 a obr. 15, vyplývá několik rozdílů:

- 1) Mapy z domácího systému vykazují vysoký podíl šumu a indikují tak nutnost filtrace;
- 2) Mezi mapami z domácího systému, získanými při různém urychlovacím napětí, existuje rozdíl v hladině šumu – mapa při 25 kV vykazuje vyšší zašumění;

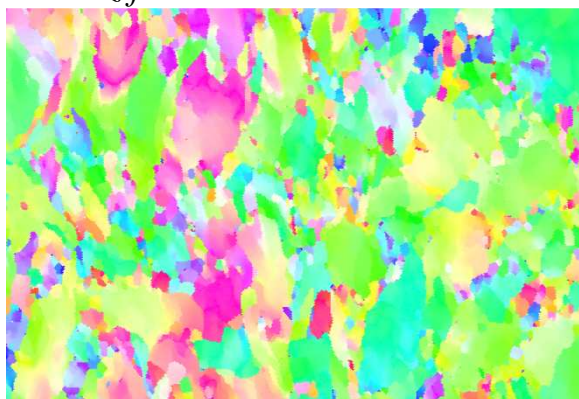
- 3) Mapy z obou systémů se navzájem liší geometrickou distorzí odpovídajících oblastí („zrn“) – jeden či oba systémy zkreslují;
- 4) Tvarově si odpovídající oblasti v jednotlivých mapách v páru jsou kódovány jinou barvou, což by mělo indikovat rozdílnou orientaci.



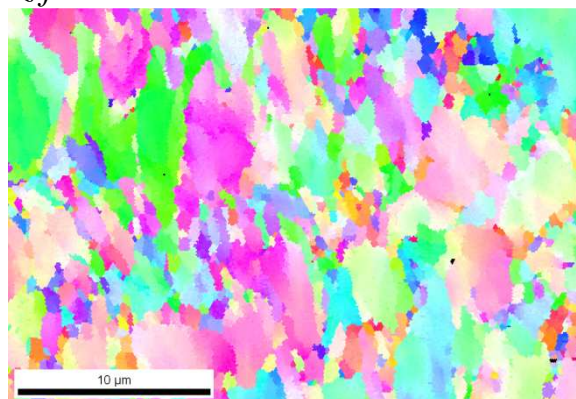
Obr. 14: Mapa IPF pro směr „RD“ z oblasti 3, etalonové zařízení, 25 kV. Data bez filtrace.



Obr. 15: Mapa IPF pro směr „RD“ z oblasti 3, domácí zařízení, 25 kV. Data bez filtrace.



Obr. 16: Mapa IPF pro směr RD oblasti 3 po korekci na drift. Etalonové zařízení, 25 kV.



Obr. 17: Mapa IPF pro směr RD oblasti 3 po filtraci dle verze 2. Domácí zařízení, 25 kV.

Z bodů 1 a 2 vyplývá jednoznačná penalizace domácího systému při analýzách UFG materiálů a tou je samotný termoemisní zdroj elektronů. Aby bylo možné využívat domácí systém pro práce na UFG materiálech, je třeba najít postup, kterým se zašuměná orientační data přiblíží co nejlépe referenční podobě, jakou představují měření na etalonovém systému. Podařilo se sestavit filtrační sekvenci, kterou se takového stavu nechá dosáhnout:

- 1) Normalizace parametru CI v rámci jednotlivých zrn procedurou „Grain CI standardization“;
- 2) Restaurace orientačních dat algoritmem „Neighbour CI correlation“;
- 3) Jedna iterace dilatace zrn.

Jednotlivé pojmy jsou vysvětleny v [36]. Příklad účinku filtrační procedury je uveden na obr. 16 a obr. 17.

Výrazně se projevil vliv driftu primárního svazku, patrně zejména díky nedostatečně vodivému kontaktu vzorku s podložkou a s tím spojeným nabíjením preparátu. Adjustace vzorků pomocí uhlíkové lepicí pásky ukázala jako nevhodná a pro další práce bylo voleno mechanické upnutí.

Projevy driftu v domácím systému byly poněkud méně rozsáhlé, než u referenčního systému, což může mít vysvětlení v řádově horších vakuových podmínkách a tím i vyšší koncentraci ionizovatelných plynů a par, schopných odvést povrchový náboj preparátu.

6.1.4 Ověření reprezentativnosti měření parametrů mikrostruktury

U UFG materiálů se setkávají dva protichůdné požadavky na metody stanovení velikostních a dalších kvantitativních parametrů mikrostruktury:

- 1) použitá metoda by měla být schopná detekovat strukturní jednotky co nejmenší;
- 2) zároveň by měla být schopna analyzovat dostatečně velké plochy, jelikož UFG materiály vykazují strukturní nehomogenity (hrubozrné oblasti), vyskytující se s periodou jednotek až desítek mikrometrů.

Splnění obou požadavků současně by znamenalo velkoplošné analýzy v jemném rastru, z čehož by vyplynuly – i při současných schopnostech detektorů EBSD – mnohahodinová měření s úměrně narůstající pravděpodobností výskytu rušivého elementu. Ze zkušeností s domácím analytickým systémem plyne, že maximální čas analýzy, při kterém je ještě malá pravděpodobnost například přepálení vlákna emitoru či nepříjemného poklesu proudu ve stopě, činí zhruba 4 hodiny. Při obvyklých načítacích frekvencích u UFG mědi (0,1 Hz) a kroku 0,1 μm to umožňuje analyzovat čtvercovou oblast o straně cca 35 μm . Vyvstává tedy otázka, zda je oblast analýzy o této velikosti dostatečná i pro zachycení nehomogenit mikrostruktury v hrubším měřítku.

Vhodnost metody SLEEM pro toto srovnání spočívá v tom, že je principem vzniku kontrastu velmi citlivá na změny orientace krystalové mřížky a to tím více, čím nižší je dopadová energie primárního elektronu.

Snímání zdrojových obrazů pro analýzu bylo provedeno v Ústavu přístrojové techniky AVČR (ÚPT). Získané snímky byly podrobeny obrazové analýze v programu „NIS elements 2.30 AR“.

Pomocí velkoplošných měření velikosti zrna na snímcích s vysokým orientačním kontrastem se podařilo získat statisticky relevantní distribuci ekvivalentního průměru zrna. Při zanedbání extrémů spolu distribuce SLEEM rozložením souhlasí s distribucí velikosti zrna, definovanou v podmínkách EBSD hraniční dezorientací 5°. To může implikovat, že kontrast ve snímcích UHV SLEEM reaguje na změny krystalové orientace menší než 5°. Při vyhodnocování dat EBSD je však třeba brát v úvahu existující omezení měřitelné velikosti zrna shora, které je dáno již volbou rozměrů analyzované oblasti, a s ohledem na to analyzovat plochu co možná největší, popřípadě více suboblastí.

6.2 APLIKACE EBSD: OVĚŘENÍ STRUKTURNÍ STABILITY UFG MĚDI PŘI ŽÍHÁNÍ

Jako důležitý parametr při snaze o principiální vysvětlení literárních rozporů o vlastnostech UFG mědi se jeví úroveň tepelné stability UFG struktury daného experimentálního materiálu, která odráží energetickou náročnost rozpadu UFG struktury a je také funkcí deformační energie vnesené při procesu ECAP.

6.2.1 Postup experimentů

Vzorky, připravené dle postupu uvedeného v kapitole 6.1.2, byly žíhány v trubkové peci v atmosféře argonu při průtoku krycího plynu $0,5 \text{ l} \cdot \text{min}^{-1}$, při teplotách 180°C až 300°C a časech od 10 min do 5 hod.

Před a po žíhání byly vybrané označené oblasti analyzovány EBSD – byla uplatněna metodika „site specific“ experimentů. Filtrovaná data byla využita k výpočtu řady parametrů, které posloužily k charakterizaci mikrostrukturního stavu před a po žíhání:

- 1) Distribuce velikosti zrna;
- 2) Distribuce velikostí zrn s vynecháním dvojčatových hranic
- 3) Distribuce úhlů dezorientace;
- 4) Distribuce parametru „Kernel average misorientation“ (KAM) včetně map.

6.2.2 Výsledky a jejich rozbor

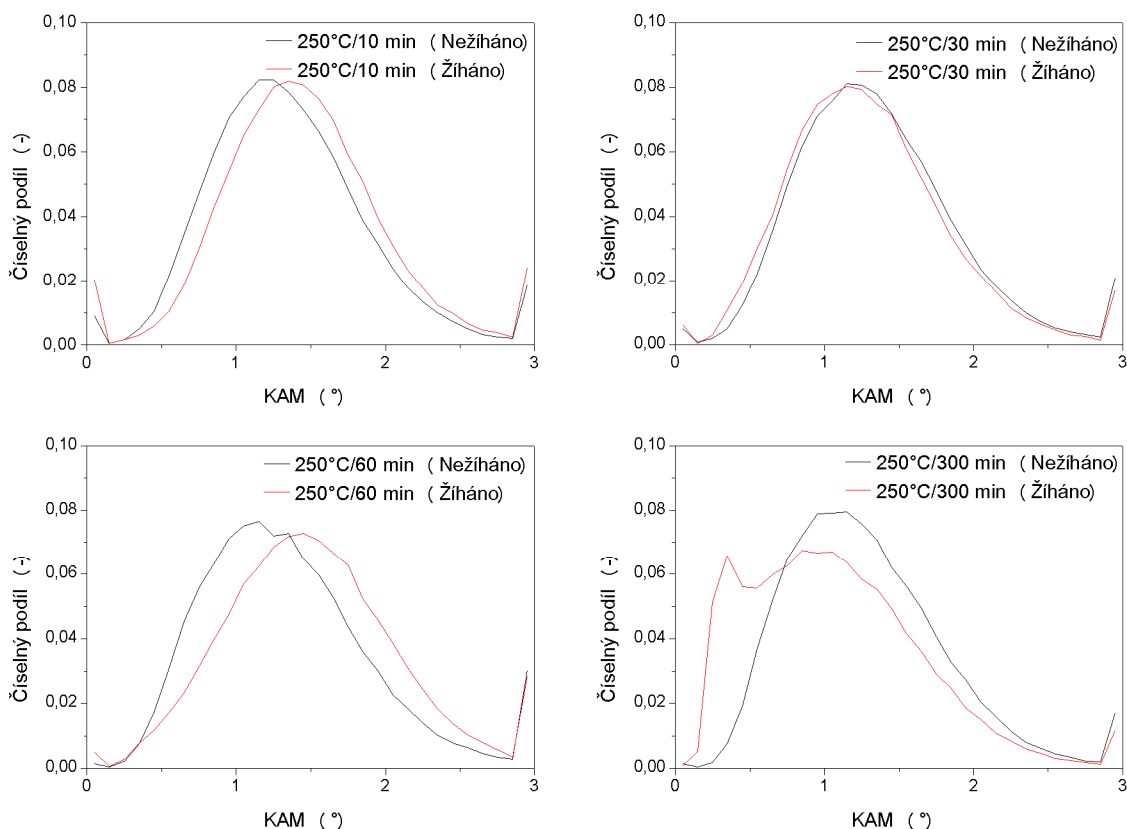
Distribuce velikostí (průměrů) zrna nevykazují žádnou výraznou změnu až do žíhání při 250°C po dobu 60 minut (výrazněji až po 300 minutách), kdy se začínají obsazovat vyšší velikostní třídy histogramů. Zhruba do téže kombinace teploty a času není též výrazný rozdíl mezi distribucemi velikosti zrna s a bez dvojčatových hranic, což implikuje do té doby nulový vznik žíhacích dvojčat.

Nejvýraznější změny nastávají až při žíhání na 300°C , kdy se výrazně mění obsazení velikostních tříd v obou typech histogramů. Je i výrazný rozdíl mezi distribucí s a bez vyloučení dvojčat, kdy velikosti zrn očištěné od vlivu dvojčatových hranic vycházejí téměř dvojnásobně v extrémních. Do teplot 250°C se sice sporadicky objevují obsazené i vyšší velikostní třídy, ovšem s číselným zlomkem v řádu 10^{-3} , což nezakládá představu o trendu.

První markantní změny v distribuci úhlů dezorientace nastaly při žíhání na 250°C po dobu 30 min, kdy se mírně zvýšilo obsazení tříd s úhlem dezorientace 60° . Tento trend dále pokračoval i u vyšších teplot a znamená pravděpodobný nárůst podílu dvojčatových hranic.

Uvedené trendy lze pozorovat i v mapách IPF, které také dobře dokumentují zmiňovanou heterogenitu UFG mědi již před žíhacími experimenty.

Neobvyklý vývoj vykazují distribuce parametru KAM (příklad na obr. 18). Předpokládaný trend při žíhání byl posun modu distribuce k menším hodnotám KAM s rostoucím časem na jedné teplotě a zároveň s rostoucí teplotou žíhání. Namísto toho nebyla při žíhání na 180°C a 200°C do času 60 min pozorována žádná změna kromě mírného přeuspořádání obsazení tříd a až při zmíněných 60 min nastal posun, ovšem k hodnotám vyšším.



Obr. 18: *Distribuce parametru KAM při žihání na 250 °C.*

Při 250 °C nastává tento anomální posun již po 10 min žihání, při 30 min není detekován a opakuje se velmi výrazně při 60 min; po 300 min nastává očekávaný posun hlavního modu k nižším hodnotám, kde se navíc vynořuje další lokální maximum – vzniká bimodalita v distribuci parametru KAM. Až žihání při 300 °C po dobu 60 a 120 min naplňuje očekávaný vývoj v distribucích KAM.

Srovnáním prostorové distribuce KAM v mapách pro kombinace teplot a časů, které vykazují nejsilnější odchylku od předpokládaného trendu v sumárních distribucích KAM, docházíme ke zjištění, že nejsilnější nárůst výskytu oblastí s vysokými hodnotami KAM nastává ve velkých zrnech, která navíc zůstávají uchována v nezměněné velikosti i po žihání. Tato zrna jsou také v nežihaném stavu rozdělena sítí lokálních maxim KAM, která se žiháním ještě zvýrazní.

Data, uvedená v [37; 38], ve spojitosti se zjištěním, že velká zrna jsou již ve výchozím stavu rozdělena sítí lokálně zvýšených hodnot KAM, vedou k domněnce, že v průběhu žihání do teplot 250 °C dochází v rámci těchto zrn k difuzi mřížkových defektů do míst zvýšeného KAM a k jejich koalescenci, kterou se vytváří nové hranice subzrn, jež se manifestují nárůstem dezorientace a zprostředkovaně i vzrůstem hodnoty KAM.

7 OCEL TRIP

Efekt takzvané transformačně indukované plasticity – TRIP („TRansformation Induced Plasticity“) – se využívá zejména pro zlepšení užitných a technologických vlastností tvářených výrobků z ocelí, uzpůsobených k tomu legováním. Podstata jevu TRIP tedy spočívá v deformačně indukované transformaci vhodným způsobem

stabilizovaného austenitu na martenzit [39], která umožňuje dosáhnout výhodné kombinace tažnosti za studena a pevnosti. Deformace při zkoušce tahem je přitom homogenní, tj. bez tvorby krčku [39-41].

Ocel TRIP je ideálním materiálem pro ověření schopnosti metody EBSD rozlišit dvě krystalograficky rozdílné fáze – ferit a austenit. Morfologie a velikost částic austenitu se dá měnit v širokých mezích postupem termomechanického zpracování a tím připravit různě náročné podmínky pro uplatnění metod fázové identifikace.

Cílem experimentů s ocelí TRIP tedy bylo ověřit schopnost metody EBSD, provozované na REM s termoemisním zdrojem elektronů, rozlišit v oceli TRIP v nedeformovaném stavu zbytkový austenit od granulárního, popřípadě bainitického, feritu a to ve dvou typech výchozích struktur:

- 1) Feriticko – austenitické s feritickou maticí a jemnými zrny zbytkového austenitu;
- 2) Feriticko – bainiticko – austenitické s feritickou maticí, deskovou morfologií bainitu, se zbytkovým austenitem ve formě solitérních zrn a lamel mezi bainitickými deskami.

Dále pak ověřit, do jaké míry bude tato rozlišovací schopnost zachována při rostoucí plastické deformaci, aplikované na oba typy struktur.

7.1 POUŽITÝ MATERIÁL

Experimentálním materiálem byla ocel TRIP, jejíž chemické složení uvádí tab. 2, byla poskytnuta prostřednictvím prof. Jozefa Zrníka, Ph. D., firmou Comtes FHT Dobřany ve formě protvářených plochých biletů o rozměrech cca 38 x 13 x 70 mm v počtu 2 ks. Každý kus, označovaný „D“ a „E“, prodělal jiné termomechanické zpracování, které vedlo k jiné morfologii mikrostruktury. Výsledkem režimu „D“ byla struktura feriticko – austenitická, v případě režimu „E“ pak feriticko – austeniticko – bainitická. Typická výsledná morfologie obou režimů termomechanického zpracování je na obr. 19 a obr. 20.

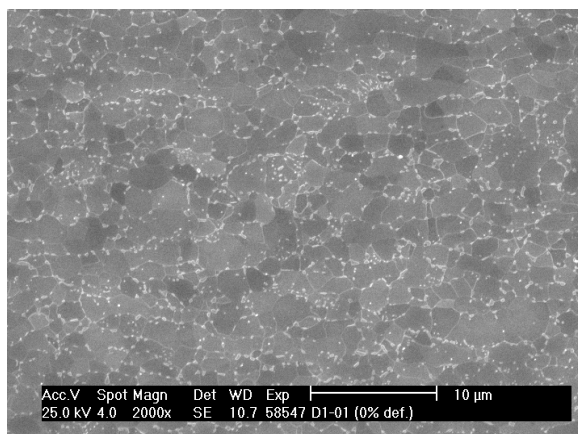
Tab. 2: *Chemické složení experimentálního materiálu – oceli TRIP.*

Fe	Nominální obsah prvků (hm. %)								
	C	Mn	Si	P	S	Cr	Ni	Mo	Al
základ	0,21	1,43	1,9	0,017	0,008	0,06	0,05	0,01	0,036

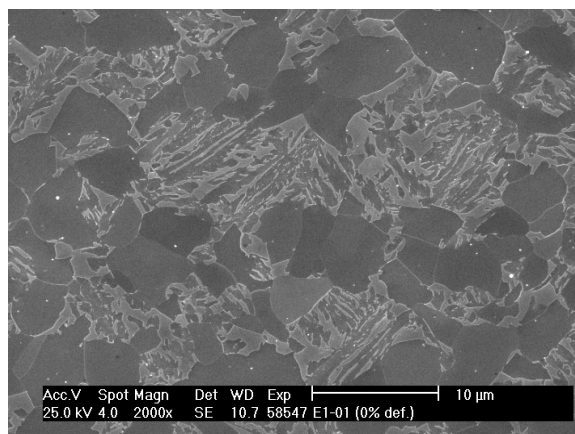
7.2 POSTUP EXPERIMENTŮ

Experimentální práce s využitím oceli TRIP probíhaly v následujícím pořadí:

- 1) Měření fázového složení srovnávacími metodami na vzorcích připravených nahruho, tj. pouze zkušebně elektrolyticky vyleštěných a zbavených tak alespoň části deformace vnesené při mechanickém leštění;
- 2) Dokončení přípravy vzorků (mechanické a elektrolytické přešetření) a analýzy EBSD výchozího stavu;
- 3) Deformace vzorků na 4,5 %, 9,4 % a 19,4 % plastického přetvoření;
- 4) Analýzy EBSD deformovaného stavu;
- 5) Měření fázového složení srovnávacími metodami v deformovaném stavu.



Obr. 19: *Typická mikrostruktura oceli TRIP po zpracování režimem „D“ v dodaném stavu.*



Obr. 20: *Typická mikrostruktura oceli TRIP po zpracování režimem „E“ v dodaném stavu.*

Na závěr bylo provedeno měření topografie povrchu deformovaných vzorků v analyzovaných oblastech pomocí konfokálního mikroskopu.

7.3 VZORKY

Z obou biletů (D a E) bylo vyrobeno po třech plochých vzorcích pro zkoušku tahem o rozměrech dle výkresu na obr. 21. Všech šest vzorků bylo na jedné straně celoplošně vybroušeno zamokra a vyleštěno metalografickým způsobem na diamantových pastách až do zrnitosti 1 µm. Ve vyznačené oblasti bylo poté provedeno elektrolytické leštění přes masku s odpovídajícím oválným otvorem. Elektrolytem byla směs kyseliny octové a chloristé o teplotě 27 – 28 °C.

7.4 ANALÝZY EBSD

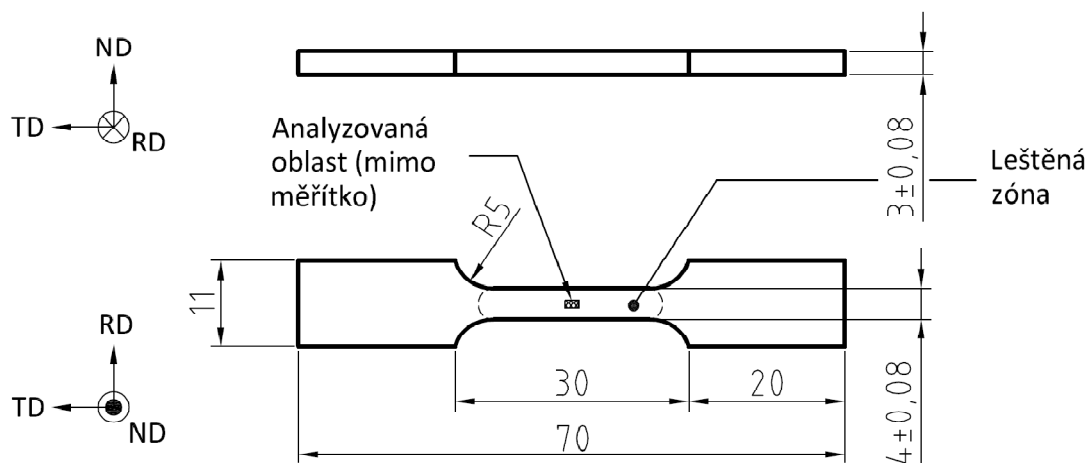
Byl opět volen přístup „site specific“ se sledováním jednoho konkrétního místa před a po deformaci. Velikost a tvar analyzované oblasti byly voleny konstantní, se zanedbáním prodloužení ve směru „TD“ a naopak smrštění ve směru „RD“.

Jako přípustné fáze pro indexaci byl zadán pouze ferit a austenit. Důvodem, proč nebyl zahrnut do této množiny i martenzit, je malý rozdíl v typu a parametrech krystalografické mřížky martenzitu a feritu. Ten se v difraktogramech EBSD obtížně detekuje, jak ukázala již předchozí práce s oceli TRIP [42].

Ze zkušenosti též vyplynulo, že mikrostruktura „D“ vyžaduje jemnější krok sítě než typ „E“. Z těchto požadavků vyplynuly i „rozumné“ velikosti analyzovaných oblastí, kdy u vzorků „D“ tato činila 15 x 15 µm a u vzorků „E“ pak 30 x 30 µm.

Po akvizici byla některá data filtrována a u sady „D“ byla zkušebně provedena reindexace se zahrnutím zbylých možných fází.

K rozlišení mezi feritem, který se nachází v bainitických lamelách, a tím, který je vyloučen ve formě polygonálních zrn, bylo použito postupu podle Zaefferera a kolektivu, popsaného v [43]. Ten je založen na jednoduché úvaze, že ferit v bainitických lamelách bude vykazovat vyšší stupeň distorze mřížky, nežli ferit granulární. Jestliže je prostřednictvím parametru KAM možno mapovat rozložení těchto distorzí, je také možno lépe kvantifikovat podíl bainitu ve struktuře.



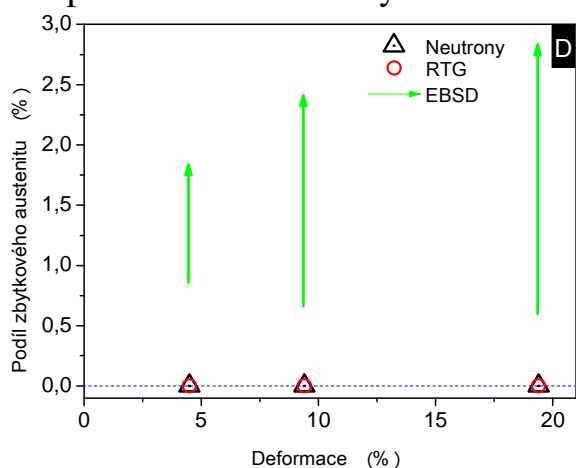
Obr. 21: Výkres zkušebního tělesa. Vyznačeno místo, kde byla upravena plocha pro analýzy EBSD, přibližné místo analýz a platný souřadný systém.

7.5 VÝSLEDKY A JEJICH ROZBOR

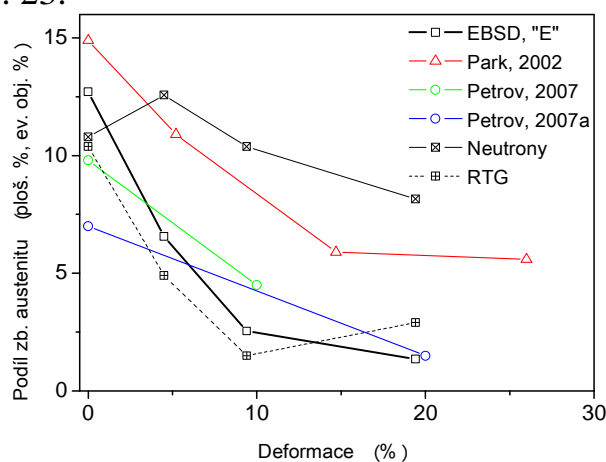
Výsledné změny podílu zbytkového austenitu, naměřené všemi použitými metodami, jsou uvedeny na obr. 22.

Nízké zjištěné podíly zbytkového austenitu vedou k domněnce, že ne všechny pozorované částice v dané oblasti jsou austenitické. Pro posouzení této teorie lze využít parametry, vyjadřující spolehlivost indexace difrakčních stop, jako jsou „confidence index“ (CI) a „Fit“. Z grafů jejich distribuce plyne, že ve všech variantách indexace dosahuje ferit nejvyšší spolehlivosti, následuje cementit a nejspornější je zbytkový austenit. Při kombinaci ferit, austenit a cementit však nelze prohlásit, že některá z uvedených fází je indexována zcela chybně a neměla by být uvažována.

Data naměřená všemi metodami na vzorcích „D“ jsou na obr. 22, pro sadu „E“ jsou spolu s literárními daty uvedena na obr. 23.



Obr. 22: Grafické znázornění vývoje podílu zbytkového austenitu v sadě vzorků „D“ v závislosti na deformaci, zjištěného všemi třemi metodami.



Obr. 23: Porovnání závislosti podílů zbytkového austenitu v sadě vzorků „E“ na deformaci s dostupnými literárními daty. Park, 2002 = [44], Petrov, 2007 = [45], Petrov, 2007a = [46].

Z výsledků získaných na vzorcích v sadě „D“, jejichž struktura sestává z drobných částic, rozptýlených po hranicích a v objemu zrn feritu, vyplývá, že schopnost rozlišovat fáze s mřížkou kubickou prostorově a plošně středěnou, popřípadě ještě ortorombickou a tetragonální, je u analytického systému EBSD, připojeného k REM s termoemisním zdrojem elektronů, do značné míry ovlivněna kombinací zvoleného kroku rastru a velikosti minoritních částic. V popsaném případě je průměrná velikost částic cca 0,2 μm [42], což je i vzhledem k zvolenému velmi malému kroku rastru (0,15 μm) mezní hodnota, díky níž se v mapách vyskytovalo velké množství jednopixelových zrn, která jsou za běžných okolností odstraňována filtrací.

I v daném případě, kdy nebyla filtrace aplikována, byl obsah zbytkového austenitu vždy nižší, než činí plošný podíl kandidátských částic zjištěný obrazovou analýzou, který se pohybuje okolo 8 % (plošných) [42]. Pokud by všechny pozorované částice ve struktuře vzorků „D“ byly austenitické, pohybovalo by se jejich množství již nad obvyklými detekčními limity obou srovnávacích metod, které jsou okolo 2 hm. %. To si lze vysvětlovat v zásadě dvojím způsobem:

- 1) Austenitické částice mohou tvořit jen zhruba 1 % z objemu (plochy), jak bylo zanalyzováno pomocí EBSD, a zbylých 7 % částic je pak tvořeno pravděpodobně karbidy (cementitem).
- 2) I pro neutronové a rentgenové difrakční metody nastává nevhodná kombinace submikronové velikosti částic austenitu a jejich rozptýlení v relativně hrubozrnné struktuře (odhadovaná průměrná velikost zrn feritu je cca 3 μm) takovým způsobem, že na nich nedochází k dostatečně intenzivnímu koherentnímu rozptylu.

Analýzy podílu zbytkového austenitu v deformovaných vzorcích „D“ prokazují jednoznačně nepříznivý vliv deformace na spolehlivost fázové identifikace pomocí EBSD, neboť pozorovaný trend ke zvyšování podílu zbytkového austenitu je zcela nereálný.

U sady vzorků „E“ se podařilo metodou EBSD naměřit kompletní vývoj podílu zbytkového austenitu v závislosti na deformaci. Ze srovnávacích metod se ukázala neutronová difrakce jako poněkud více náchylná ke zkreslení vlivem deformace, když indikuje v jednom případě zvýšení podílu austenitu proti výchozímu nedeformovanému stavu, což je považováno za artefakt. Data EBSD a rentgenové difrakce vykazují vesměs společný trend, ačkoli jsou navzájem posunuta asi o 1 – 2 %. To je nicméně v souladu s údaji v [47], které dokazují, že metoda EBSD ve srovnání s rentgenovou difrakcí (a jinými technikami určování podílu zbytkového austenitu) poskytuje hodnoty systematicky nižší.

8 ZÁVĚR

Výsledky, prezentované v této práci, lze shrnout do následujících bodů:

- 1) Byla nalezena vhodná filtrační sekvence, kterou lze restaurovat orientační data získaná na REM s termoemisním zdrojem do takové podoby, že jsou využitelná pro analýzy ultrajemnozrnných materiálů. Spodní detekční limit velikosti zrna byl při daných parametrech analýzy stanoven na 0,23 μm .

- 2) Byla ověřena reprezentativnost analýz EBSD na omezené ploše co do charakterizace celé škály velikostí zrn, přičemž bylo konstatováno, že existuje omezení shora, dané akceptovatelnou velikostí analyzované oblasti.
- 3) Byla úspěšně odzkoušena metodika „site specific“ při žíhacích experimentech na UFG mědi, která umožnila odhalit anomální chování výchozích hrubých zrn při teplotách do 250 °C. Přitom bylo odzkoušeno využití průměrné dezorientace v jádře (parametru KAM), která odráží míru lokální distorze krystalové mřížky. Jako vysvětlení uvedeného anomálního chování byla navržena difuze mřížkových poruch na krátkou vzdálenost do míst s lokálně zvýšenou distorzí, která se tím ještě dále zvyšuje za vzniku hranice subzrn.
- 4) Bylo zjištěno, že spolehlivost identifikace minoritních fází v TRIP oceli metodou EBSD, provozovanou na REM s termoemisním zdrojem, je silně podmíněna dostatečnou velikostí částic. Analýzy struktury s obsahem částic o průměrné velikosti 0,2 μm vykazují velkou chybu. Naproti tomu analýzy struktur s minoritními fázemi o velikosti v řádech mikrometrů jsou úspěšné a v korelaci s výsledky rentgenové a částečně i neutronové difrakce.
- 5) Použití parametru KAM bylo ověřeno i pro rozlišení granulárního a bainitického feritu v jednom typu oceli TRIP. Za předpokladu, že martenzit není ve výchozím stavu přítomen a vzniká pouze na úkor zbytkového austenitu, se podařilo sestavit graf vývoje podílu mikrostrukturních složek v závislosti na deformaci. Bylo ověřeno, že k největšímu poklesu podílu zbytkového austenitu dochází při celkové deformaci do 10 %. Bylo také zjištěno, že při celkové deformaci do 5 % se téměř veškerá plastická deformace odehrává v masivních austenitických částicích.

9 PREZENTACE A PUBLIKACE VÝSLEDKŮ

- 1) MIKMEKOVÁ, Š.; HOVORKA, M.; MÜLLEROVÁ, I.; MAN, O.; PANTĚLEJEV, L.; FRANK, L. Grain Contrast Imaging in UHV SLEEM. *MATERIALS TRANSACTIONS*. 2010. 51(2). p. 292 - 296. ISSN 1345-9678.
- 2) MAN, O.; PANTĚLEJEV, L.; KUNZ, L. Study of Thermal stability of Ultrafine-grained Copper by means of Electron Back Scattering Diffraction. *MATERIALS TRANSACTIONS*. 2010. 51(2). p. 209 - 213. ISSN 1345-9678.
- 3) NAVRÁTILOVÁ, L.; PANTĚLEJEV, L.; MAN, O.; KUNZ, L. Mikrostrukturní stabilita ultrajemnozrné mědi připravené metodou ECAP. In *Víceúrovňový design pokrokových materiálů 2009*. Brno, ÚFM AVČR. 2009. p. 115 - 122. ISBN 978-80-254-6070-2.
- 4) MIKMEKOVÁ, Š.; HOVORKA, M.; MÜLLEROVÁ, I.; FRANK, L.; MAN, O.; PANTĚLEJEV, L. *Microstructure of ultra-fine grained Cu by UHV SLEEM*. MC 2009 GRATZ. Gratz, Verlag der TU Gratz. 2009. p. 515 - 516. ISBN 978-3-85125-062-6.
- 5) MAN, O.; PANTĚLEJEV, L.; KUNZ, L. *Study of thermal stability of UFG copper by means of EBSD*. Nanostructure of Advanced Materials and

- Nanotechnology. Brno, CZ, Institute of Scientific Instruments ASCR, v.v.i. 2009. p. 17 - 17. ISBN 978-80-254-4535-8.
- 6) MIKMEKOVÁ, Š.; HOVORKA, M.; MÜLLEROVÁ, I.; FRANK, L.; MAN, O.; PANTĚLEJEV, L. *Study of the microstructure of the UFG Copper in UHV SLEEM*. Nanostructure of Advanced Materials and Nanotechnology. Brno, CZ, Institute of Scientific Instruments ASCR, v.v.i. 2009. p. 19 - 19. ISBN 978-80-254-4535-8.
 - 7) NAVRÁTILOVÁ, L.; KUNZ, L.; MAN, O.; PANTĚLEJEV, L. Effect of Annealing on Microstructure and Fatigue Life of UFG Copper. *Materiálové inžinierstvo*. 2009. XVI(3a). p. 28 - 31. ISSN 1335-0803.
 - 8) NAVRÁTILOVÁ, L.; PANTĚLEJEV, L.; MAN, O.; KUNZ, L. Stability of Microstructure of UFG Copper after Fatigue Loading and Thermal Exposition. In *Proceedings Transcom 2009*. Section 5. Žilina, Sk, University of Žilina. 2009. p. 149 - 154. ISBN 978-80-554-0042-6.
 - 9) MAN, O.; PANTĚLEJEV, L.; PEŠINA, Z. EBSD Analysis of Phase Compositions of TRIP Steel on Various Strain Levels. *Materiálové inžinierstvo*. 2009. XVI(2). p. 11 - 17. ISSN 1335-0803.
 - 10) MIKMEKOVÁ, Š.; HOVORKA, M.; MÜLLEROVÁ, I.; FRANK, L.; MAN, O.; PANTĚLEJEV, L. *Study of the microstructure of UFG copper in UHV SLEEM*. Mikroskopia 2009. Brno, CZ, Tribun EU s.r.o. 2009. p. 8 - 8. ISBN 978-80-7399-739-7.
 - 11) NAVRÁTILOVÁ, L.; KUNZ, L.; PANTĚLEJEV, L.; MAN, O. Lokalizace cyklické plastické deformace v ultrajemnozrnné mědi. In *SEMDOK 2009, 14th International of PhD. students' seminar*. 1. Žilina, EDIS - Žilina University publisher. 2009. p. 77 - 81. ISBN 978-80-8070-959-4.
 - 12) MAN, O.; BESTERCI, M. ANALÝZA TVÁŘENÝCH VZORKŮ ČISTÉHO HLINÍKU A MĚDI METODOU OIM. In *Víceúrovňový design pokrokových materiálů: sborník doktorské konference 2005*. Brno, Ústav fyziky materiálů AVČR. 2005. p. 123 - 130. ISBN 80-239-6145-4.

10 SEZNAM POUŽITÉ LITERATURY

- [1] REIMER, L. *Scanning electron microscopy: physics of image formation and microanalysis*. Berlin, Heidelberg, New York, Tokyo: Springer-Verlag, 1985. 457 s. ISBN 0387135308.
- [2] WELLS, O. C. Comparison of different models for the generation of electron backscattering patterns in the scanning electron microscope. *Scanning*, 1999, vol. 21, no. 6, s. 368-371. ISSN: 1932-8745.
- [3] RANDLE, V. - ENGLER, O. *Introduction to texture analysis : macrotexture, microtexture and orientation mapping*. London: Taylor & Francis, 2000. 388 s. ISBN 9056992244.
- [4] RANDLE, V. Theoretical Framework for Electron Backscatter Diffraction. In *Electron Backscatter Diffraction in Materials Science*. A. J. Schwartz; M. Kumar; B. L. Adams (editoři). New York: Kluwer Academic/Plenum Publishers, 2000. s 19-30. ISBN 0-306-46487-X.
- [5] MATTESON, T. L., et al. Electron backscattering diffraction investigation of focused ion beam surfaces. *Journal of Electronic Materials*, 2002, vol. 31, no. 1, s. 33-39. ISSN: 0361-5235.
- [6] DINGLEY, D. J. - BABAKISHI, K. Z. - RANDLE, V. *Atlas of Backscatter Diffraction Kikuchi Patterns*. B. Cantor; F. J. Coringe (editoři). Bristol: Institute of Physics Publishing, 1995. 134 s. ISBN 0-7503-0212-7.
- [7] DEAL, A. - HOOGHAN, T. - EADES, A. Energy-filtered electron backscatter diffraction. *Ultramicroscopy*, 2008, vol. 108, no. 2, s. 116-125.
- [8] JOY, D. C. - NEWBURY, D. E. - DAVIDSON, D. L. Electron Channeling Patterns in the Scanning Electron Microscope. *Journal of Applied Physics*, 1982, vol. 53, no. 8, s. R81-R122. ISSN: 0021-8979.
- [9] WINKELMANN, A., et al. Many-beam dynamical simulation of electron backscatter diffraction patterns. *Ultramicroscopy*, 2007, vol. 107, no. 4-5, s. 414-421. ISSN: 0304-3991.
- [10] KATRAKOVA, D. *Anwendungen der Orientierungsabbildenden Mikroskopie zur Gefügecharakterisierung kristalliner Werkstoffe*. Saarbrücken: Universität des Saarlandes, Naturwissenschaftlich-Technischen Fakultät III Chemie, Pharmazie und Werkstoffwissenschaften, 2002. 202 s. Vedoucí práce F. Mücklich; J. Breme.
- [11] WRIGHT, S. I. Fundamentals of Automated EBSD. In *Electron Backscatter Diffraction in Materials Science*. A. J. Schwartz; M. Kumar; B. L. Adams (editoři). New York: Kluwer Academic/Plenum Publishers, 2000. s 51-64. ISBN 0-306-46487-X.
- [12] KELLER, R. R., et al. EBSD measurements of strains in GaAs due to oxidation of buried AlGaAs layers. *Microelectronic Engineering*, 2004, vol. 75, no. 1, s. 96-102. ISSN: 0167-9317.
- [13] WILKINSON, A. J. Measuring Strains Using Electron Backscatter Diffraction. In *Electron Backscatter Diffraction in Materials Science*. A. J. Schwartz; M.

- Kumar; B. L. Adams (editoři). New York: Kluwer Academic/Plenum Publishers, 2000. s 231-246. ISBN 0-306-46487-X.
- [14] BABA-KISHI, K. Z. Review Electron backscatter Kikuchi diffraction in the scanning electron microscope for crystallographic analysis. *Journal of Materials Science*, 2002, vol. 37, no. 9, s. 1715-1746.
 - [15] MICHAEL, J. R. Phase Identification Using Electron Backscatter Diffraction in the Scanning Electron Microscope. In *Electron Backscatter Diffraction in Materials Science*. A. J. Schwartz; M. Kumar; B. L. Adams (editoři). New York: Kluwer Academic/Plenum Publishers, 2000. s 75-90. ISBN 0-306-46487-X.
 - [16] WILKINSON, A. J. - MEADEN, G. - DINGLEY, D. J. High-resolution elastic strain measurement from electron backscatter diffraction patterns: New levels of sensitivity. *Ultramicroscopy*, 2006, vol. 106, no. 4-5, s. 307-313. ISSN: 0304-3991.
 - [17] WILKINSON, A. J. A new method for determining small misorientations from electron backscatter diffraction patterns. *Scripta Materialia*, 2001, no. 44, s. 2379-2385.
 - [18] WILKINSON, A. J. Measurement of elastic strains and small lattice rotations using electron back scatter diffraction. *Ultramicroscopy*, 1996, vol. 62, no. 4, s. 237-247. ISSN: 0304-3991.
 - [19] *OIM Data Collection 3.51*. [počítačový program] Ver. 3.51. [CD ROM] Draper: TexSEM Laboratories, 2002. Vyžaduje Windows XP.
 - [20] TARASIUK, J. - GERBER, P. - BACROIX, B. Estimation of recrystallized volume from EBSD data. *Acta Materialia*, 2002, no. 50, s. 1467-1477. ISSN: 1359-6454.
 - [21] LASSEN, N. C. K. - JENSEN, D. J. - CONRADSEN, K. Automatic Recognition of Deformed and Recrystallized Regions in Partly Recrystallized Samples Using Electron Back Scattering Patterns. *Materials Science Forum*, 1994, vol. 157-162, s. 149-158. ISSN: 0255-5476.
 - [22] MICHAEL, J. R. - EADES, J. A. Use of reciprocal lattice layer spacing in electron backscatter diffraction pattern analysis. *Ultramicroscopy*, 2000, vol. 81, no. 2, s. 67-81. ISSN: 0304-3991.
 - [23] KRAUS, I. *Úvod do strukturní rentgenografie*. 1. Praha, 1985. 236 s.
 - [24] BABA-KISHI, K. Z. Electron Backscatter Kikuchi Diffraction and Scanning Electron Reflection Microscopy in the SEM. In *IX Conference on Electron Microscopy of Solids, 6-9 May 1996, Kraków-Zakopane*. A. Czyrska-Filemonowicz, et al. (editoři). Fotobit, 1996. s 191-194. ISBN 83-904805-3-0.
 - [25] MARTHINSEN, K. - HØIER, R. Determination of crystal symmetry from electron channelling patterns. *Acta Crystallographica Section A*, 1988, vol. 44, no. 5, s. 693-700. ISSN: 1600-5724.
 - [26] *OIM Data Collection 5.31*. [počítačový program] Ver. 3.51. [CD ROM] Draper: TexSEM Laboratories, 2008. Vyžaduje Windows XP.

- [27] MÜLLEROVÁ, I. Contrast mechanisms in low voltage SEM. In *IX Conference on Electron Microscopy of Solids, 6-9 May 1996, Kraków-Zakopane*. A. Czyrska-Filemonowicz, et al. (editoři). Fotobit, 1996. s 93-96. ISBN 83-904805-3-0.
- [28] BAUER, E. LEEM basics. *Surface Review and Letters*, 1998, vol. 5, no. 6, s. 1275-1286. ISSN: 0218-625X.
- [29] CIZEK, J., et al. Spatial distribution of defects in ultra-fine grained copper prepared by high-pressure torsion. *Physica Status Solidi A*, 2003, vol. 195, no. 2, s. 335-349. ISSN: 1862-6300.
- [30] ETTER, A. L., et al. Microstructural and textural characterization of copper processed by ECAP. *Materials Characterization*, 2006, vol. 56, no. 1, s. 19-25. ISSN: 1044-5803.
- [31] VINOGRADOV, A., et al. Structure and mechanical properties of submicrocrystalline copper produced by ECAP to very high strains. In *3rd International Conference on Nanomaterials by Severe Plastic Deformation, 22-26th September 2005, Fukuoka, JAPAN*. [online]. Z. Horita (editor): Trans Tech Publications, 2006. s 971-976. Dostupné z: <http://www.scientific.net/MSF.503-504.971>.
- [32] SKROTZKI, W., et al. Texture gradient in ECAP copper measured by synchrotron radiation. In *2nd International Conference on Texture and Anisotropy of Polycrystals, JUL 07-09, 2004, Metz, FRANCE*. [online]. C. Esling, et al. (editoři). New Brunswick: Transaction Publishers, 2005. s 327-332. Dostupné z: <http://www.scientific.net/SSP.105.327>.
- [33] UNGAR, T., et al. Dislocations, grain size and planar faults in nanostructured copper determined by high resolution x-ray diffraction and a new procedure of peak profile analysis. *Acta Materialia*, 1998, vol. 46, no. 10, s. 3693-3699. ISSN: 1359-6454.
- [34] GUBICZA, J., et al. Dislocation structure and crystallite size in severely deformed copper by X-ray peak profile analysis. *Materials Science and Engineering A*, 2005, vol. 400-401, s. 334-338. ISSN: 0921-5093.
- [35] VÚK Panenské Břežany a.s.: *Zkušebny a laboratoře* [online]. Poslední revize c2008 [cit. 25. 12. 2009]. Dostupné z: http://www.vukpb.cz/zkusebny_a_laboratore.php.
- [36] *OIM Analysis 5.31*. [počítačový program] Ver. 3.51. [CD ROM] Draper: TexSEM Laboratories, 2008. Vyžaduje Windows XP.
- [37] CIZEK, J., et al. Thermal stability of ultra fine grained copper prepared by high pressure torsion using various pressures. *Journal of Metastable and Nanocrystalline Materials*, 2003, vol. 17, s. 37-44. ISSN: 1422-6375.
- [38] CIZEK, J., et al. Ultra fine-grained metals prepared by severe plastic deformation: A positron annihilation study. *Acta Physica Polonica A*, 2005, vol. 107, no. 5, s. 745-752. ISSN: 0587-4246.

- [39] GRÄSSEL, O., et al. High strength Fe-Mn-(Al, Si) TRIP/TWIP steels development - properties - application. *International Journal of Plasticity*, 2000, vol. 16, no. 10-11, s. 1391-1409. ISSN: 0749-6419.
- [40] SUGIMOTO, K., et al. Effects of Volume Fraction and Stability of Retained Austenite on Ductility of Trip-Aided Dual-Phase Steels. *Isij International*, 1992, vol. 32, no. 12, s. 1311-1318. ISSN: 0915-1559.
- [41] MATSUMURA, O., et al. Effect of Retained Austenite on Formability of High-Strength Sheet Steels. *Isij International*, 1992, vol. 32, no. 10, s. 1110-1116. ISSN: 0915-1559.
- [42] PEŠINA, Z. *Analýza deformačně indukovaných změn fázového složení oceli TRIP metodou EBSD*. Brno: Vysoké učení technické v Brně, Fakulta strojního inženýrství, 2008. 50 s. Vedoucí práce O. Man.
- [43] ZAEFFERER, S. - ROMANO, P. - FRIEDEL, F. EBSD as a tool to identify and quantify bainite and ferrite in low-alloyed Al-TRIP steels. *Journal of Microscopy-Oxford*, 2008, vol. 230, no. 3, s. 499-508. ISSN: 0022-2720.
- [44] PARK, K. K., et al. In situ deformation behavior of Retained Austenite on TRIP steel. In *13th International Conference on Textures of Materials, 26-30th August 2002, Seoul, SOUTH KOREA*. [online]. D. N. Lee (editor) Zurich - Uetikon: Trans Tech Publications, 2002. s. 571-576. Dostupné z: <http://www.scientific.net/MSF.408-412.571>.
- [45] PETROV, R., et al. Microstructure and texture of a lightly deformed TRIP-assisted steel characterized by means of the EBSD technique. *Materials Science and Engineering a-Structural Materials Properties Microstructure and Processing*, 2007, vol. 447, no. 1-2, s. 285-297. ISSN: 0921-5093.
- [46] PETROV, R. - KESTENS, L. - HOUBAERT, Y. Microstructure and microtexture evolution of a TRIP-assisted steel after small deformation studied by EBSD technique. *Fundamentals of Deformation and Annealing*, 2007, vol. 550, s. 265-270. ISSN: 0255-5476.
- [47] JACQUES, P. J., et al. On measurement of retained austenite in multiphase TRIP steels results of blind round robin test involving six different techniques. *Materials Science and Technology*, 2009, vol. 25, s. 567-574. ISSN: 0267-0836.

Autorovo curriculum vitae

Ing. Ondřej Man

* 14.5.1979

E-mail: man@fme.vutbr.cz

Pracoviště: Ústav materiálových věd a inženýrství
Odbor strukturních a fázových analýz

Zařazení: Pracovník

Místnost: A3/413

Telefon: +420 54114 3103

Vzdělání a akademická kvalifikace

- 2002, Ing., Fakulta strojního inženýrství VUT v Brně, obor Materiálové inženýrství

Vědeckovýzkumná činnost

- Aplikace metody difrakce zpětně odražených elektronů (EBSD) v materiálovém inženýrství.
- Výzkumná činnost v rámci Ekocentra aplikovaného výzkumu neželezných kovů při FSI VUT se specializací na hořčíkové slitiny.
- Specializované analýzy a výzkum v oboru ultrajemnozrnných materiálů na bázi Cu a Mg.

Mimouniverzitní aktivity

- 2006 - dosud - člen Klubu EBSD

Ocenění vědeckou komunitou

- 2004 - "Bronzová sova" Klubu České společnosti pro nové materiály a technologie
- 2005 - diplom děkana FSI VUT za práci "Metody fázové analýzy superlehkých hořčíkových slitin"

Projekty

- 2004 - projekt FV FSI VUT č. BD1343026 „Metody fázové analýzy superlehkých hořčíkových slitin“
- 2005 - projekt FV FSI VUT č. BD1353025 „Fázová analýza slitiny AZ91 s odstupňovaným přídatkem lithia“
- 2005 - dosud - účast v Ekocentru aplikovaného výzkumu neželezných kovů
- 2009 – participace na projektu MŠMT č. 2E08017 prostřednictvím grantu FV FSI VUT „Ověření tepelné stability struktury ultrajemnozrnné ECAP mědi s využitím metody EBSD“

11 ABSTRACT

The thesis deals with principles and common applications of the electron backscatter diffraction (EBSD) method. Some practical experience in application of the method to a study of highly deformed structure of copper and its thermal stability is described on one hand, and, on the other hand, to a study of phase composition of TRIP steel on various levels of imposed strain. The limitations of EBSD method are discussed along with its resolution in comparison with other complimentary techniques.